

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 651 149

(21) N° d'enregistrement national :

89 11365

(51) Int Cl⁵ : B 01 D 15/08, 53/04

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 28.08.89.

(71) Demandeur(s) : INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE
— FR.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 01.03.91 Bulletin 91/09.

(72) Inventeur(s) : Hotier Gérard, Toussaint Jean Michel,
Lonchamp Daniel et Terneuil Gabriel.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(73) Titulaire(s) :

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

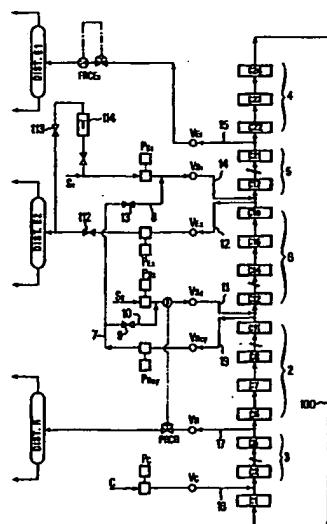
(74) Mandataire :

(54) Procédé continu et dispositif de séparation chromatographique d'un mélange d'au moins trois constituants en trois effluents purifiés au moyen d'un seul solvant à deux températures et/ou à deux pressions différentes.

(57) - On décrit un procédé et un dispositif de séparation en continu et en phase fluide d'un mélange d'au moins trois constituants en trois fractions.

- On utilise une technique dite à contre-courant simulé dans une colonne de séparation remplie d'un sorbant ayant cinq zones 6,5,4,3 et 2 à différentes fonctions et on réalise la séquence d'étapes suivantes: on introduit du solvant dit fort S₂, on prélève un extrait E₁ au solvant fort, on introduit le même solvant mais à une température et/ou à une pression plus faible (solvant S₁ dit faible), on soutire de l'extrait au solvant faible E₂, on introduit le mélange à séparer, on soutire du raffinat au solvant faible R, on recycle un courant R₂ alternativement vers l'alimentation du solvant fort S₂ et puis vers l'alimentation du solvant faible S₁. On envoie un courant issu de la zone 6 alternativement vers une sortie d'extrait au solvant fort E₂, puis vers l'entrée de la cinquième zone. On fait périodiquement avancer de manière synchrone à travers la colonne les diverses alimentations et soutirages.

Application notamment à la séparation du glucose xylose et arabinose et à l'épuration d'eau contenant du phénol, du paracrésol et du toluène.



FR 2 651 149 - A1



La présente invention concerne un procédé et un dispositif de séparation en continu, en phase fluide (liquide, vapeur ou supercritique) de trois ou de plus de trois composants d'un mélange fluide (liquide, vapeur ou supercritique) à l'aide de particules solides ou d'un gel perméable semi-solide capables d'adsorber de manière sélective au moins deux composés du mélange dont l'un très fortement de sorte qu'une simple élution soit particulièrement peu indiquée pour le désorber. Plus particulièrement, elle concerne 1) l'application de la technique dite "du contre-courant simulé" aux séparations réalisées jusqu'à présent par chromatographie préparative en gradient d'élution qui se rencontrent par exemple en chimie pharmaceutique en chimie fine ou en biochimie. Elle concerne également 2) les domaines d'application classiques du procédé de séparation en continu en phase liquide utilisant le système du contre-courant simulé à condition que les charges renferment au moins trois constituants, par exemple dans le cas de la coupe C₈ aromatique, il peut être intéressant de séparer en une seule opération continue du paraxylène, de l'éthylbenzène et un mélange ortho et métaxylène. Un autre exemple est constitué par le mélange Xylose Arabinose Glucose 3) les domaines d'application encore embryonnaires de la chromatographie supercritique préparative tels que production d'aromes et d'huiles essentielles.

Plus généralement cette technique s'applique lorsque l'on a affaire à au moins trois produits non séparables par distillation, soit parce que leurs points d'ébullition sont trop proches, soit parce qu'ils sont thermiquement instables.

La plupart des appareillages d'adsorption de gros tonnages comportant un adsorbant solide, utilisés par exemple pour le séchage des gaz, l'adsorption d'une substance organique, la séparation de n-paraffines en phase gazeuse ou la production d'hydrogène par à-coups de pression sont utilisés suivant la technique consistant à employer plusieurs lits d'adsorption comportant les particules adsorbantes solides pour réaliser une adsorption, une désorption et une régénération en phase

gazeuse. Cependant il est plus difficile d'utiliser cette technique en phase liquide car même lors de la phase de sorption il reste une fraction importante de charge non adsorbée dans l'espace interparticulaire de la phase de sorption et dans la Macroporosité des 5 particules. Dans ces conditions il est très difficile d'obtenir le produit désiré avec à la fois un bon rendement, une bonne pureté et à un coût énergétique intéressant.

- Pour remédier à cet inconvénient on peut procéder soit en augmentant 10 le nombre de réacteurs de manière à pouvoir faire des purges qui sont ensuite recyclées soit à des balayages par un autre composé en principe non ou peu adsorbable. Ceci présente l'inconvénient évident de compliquer la procédure et d'augmenter le coût de la distillation subséquente. On conçoit donc facilement qu'un procédé séquentiel de 15 sorption désorption où le mélange d'alimentation liquide présente, soit un faible facteur de séparation, soit encore un corps très fortement retenu par l'adsorbant, ne puisse conduire à des effluents à la fois de bonne pureté et de concentration élevée.
- 20 Dans le cas où l'on ne désire séparer que deux effluents distincts les procédés basés sur le "contre-courant simulé" tel que décrit dans les brevets US 2 985 589, 3 696 107, 3 706 812, 3 761 533 ou dans le brevet français 2 103 302 se révèlent être efficaces puisqu'ils permettent d'arriver à produire en continu des effluents à la fois de 25 bonne pureté et en solution concentrée dans le désorbant. Selon le brevet US 4 306 107 il est décrit un procédé de séparation en continu d'un mélange à quatre constituants : le méta-xylène, l'ortho-xylène, le paraxylène et l'éthylbenzène par la technique du contre-courant simulé en présence d'un solvant, le toluène. Trois fractions sont obtenues : 30 la première contenant le métaxylène pur récupéré à 100 %, la troisième contenant de l'éthylbenzène pur récupéré seulement à 60 % et la seconde comprenant un mélange de para- et d'ortho-xylène récupérés à 100 % mais aussi d'éthylbenzène représentant 40 % de la quantité initiale. Ce procédé présente donc l'inconvénient d'une récupération

partielle du produit le moins adsorbé et de la récupération d'un mélange au niveau de la fraction intermédiaire.

Pour les appareils d'adsorption de petit tonnage avec lesquels on fabrique quelques kilos à la fois de produits à haute valeur ajoutée le problème est en général très différent du précédent. Il arrive assez souvent que l'on cherche à isoler un produit pur particulier, peu concentré, au sein d'un mélange d'au moins une dizaine de corps purs, produits par exemple, lors de la dernière étape d'une synthèse.

Les modes de production sont plutôt discontinus, et le coût de la séparation solvant-produit purifié n'intervient que peu dans le prix de revient final. La technique de séparation utilisée vise donc essentiellement à séparer le produit recherché avec tout d'abord un bon rendement puis une bonne pureté, l'aspect concentration dans le ou les solvants de séparation n'étant, soit pas du tout, soit très peu pris en compte. La technique du gradient d'élution quoique complexe est souvent utilisée dans la pratique. Elle consiste à envoyer une charge complexe sur la colonne puis à éluer par un premier solvant qui, ne présentant que peu d'affinité pour la phase fixe, ne déplace notablement que les corps peu retenus par cet adsorbant. Au cours de l'avancement de cette opération on remplace peu à peu ce premier solvant par un second qui présente une très forte affinité pour l'adsorbant et qui donc déplace quasiment tous les corps contenus dans la charge comme s'ils n'étaient pas du tout retenus par l'adsorbant.

C'est donc la variation progressive et continue du pouvoir solvant et de l'affinité de l'éluant dans la colonne qui produit une élution graduelle des différents produits de la charge. Le produit recherché sera donc recueilli sous forme d'une fraction particulière du courant élué. La phase suivante consiste à reconditionner la colonne par le premier des deux solvants. De plus, périodiquement la colonne doit être régénérée, parce que les phases fixes utilisées sont souvent sensibles à l'empoisonnement par des traces de certains corps contenus dans la charge ou l'un ou l'autre des deux solvants. La technique du gradient d'élution est susceptible de fonctionner selon plusieurs

principes physiques employés en chromatographie liquide, on peut notamment citer :

- 1) La chromatographie par perméation de gel qui fonctionne suivant le principe d'exclusion : les grosses molécules incapables d'entrer dans les cavités du gel sont éluées en premier tandis que les plus petites transitant par toutes les cavités disponibles sont éluées en dernier. Le gradient d'élution peut modifier le phénomène de deux manières :
 - 10 a) en agissant sur les molécules de la charge : par une solvatation de plus en plus forte. Des molécules de rayon de gyration au départ identique, en conformation de type pelote "statistique" se solvateront et se déplieront différemment suivant leur fonctionnalité ;
 - 15 b) en agissant sur la phase fixe : par un gonflement progressif du gel ; on restreindra progressivement la taille des cavités en ne retenant que des molécules de plus en plus petites.
- 2) La chromatographie en phase inverse qui joue sur le coefficient de partage des solutés entre une phase aqueuse et une phase organique. Un exemple connu contribue à séparer un mélange de produits organiques peu solubles dans l'eau sur une silice greffée C₁₈ au moyen d'un gradient eau-méthanol. Au fur et à mesure que la concentration en méthanol dans la phase mobile augmente les produits les plus liposolubles se détachent petit à petit de la phase fixe.
- 3) La chromatographie d'affinité qui fonctionne soit sur les liaisons de type Van der Waals soit sur les liaisons "hydrogène" entre soluté et phase fixe. Lorsque l'on remplace un solvant apolaire type hydrocarbure par un solvant polaire type chlorure de méthylène ou chloroforme on arrive à éluer des solutés de plus en plus polaires.

La technique du gradient d'élution n'implique pas forcément d'employer deux solvants différents. On peut fonctionner en gradient de pH où les

deux solvants sont remplacés par deux solutions tamponnées. On peut également fonctionner en gradient de pression (un seul solvant supercritique) avec l'appoint d'un "entraîneur" en général sous forme de traces (jusqu'à 3 %).

5

La variété des phases fixes et des couples de solvants est telle que la majorité des séparations réputées impossibles il y a 25 ans sont aujourd'hui réalisées. A titre d'exemple on peut citer la résolution d'enantiomères ou de mélanges racémiques (avec des phases fixes optiquement actives) "Preparative separation of enantiomers on axially compressed column" K.H. Rimböck, F. Kastner, A. Mannschreck, Journal of Chromatography n° 329 (1985) p. 307-310.

Ces méthodes présentent le désavantage de ne pas être continues bien qu'automatisables, Réf. J. Krohn, F. Verillon (international laboratory octobre 1986). Elles sont conçues pour produire tout au plus quelques dizaines de kilogrammes par an, avec un appareillage très souple et versatile susceptible de servir à de nombreuses séparations différentes suivant la demande.

20

L'objet de la présente invention est de remédier aux inconvénients précités. Notamment, un des objets de l'invention est l'obtention, à partir d'un mélange d'au moins trois constituants, de trois fractions (chacune d'elles contenant au moins un constituant, le ou les constituants de chaque fraction étant sensiblement récupéré à 100 %).

Un autre objet est d'obtenir une fraction intermédiaire entre la fraction de tête et la fraction de queue pouvant contenir un mélange de produits récupérés sensiblement à 100 %. Un autre objet est d'obtenir une fraction intermédiaire pouvant ne contenir qu'un seul constituant sensiblement pur et récupéré sensiblement à 100 %.

Un autre objet est de mieux intégrer les phases de purge dans les procédés cycliques en produisant ou en recyclant au traitement une

fraction intermédiaire.

L'invention a pour objet en bref de séparer en continu avec un haut degré de pureté et en concentration élevée une charge constituée d'un 5 mélange d'au moins trois produits en trois effluents distincts avec :
1) une efficacité et une simplicité plus grandes que la simple association en série de deux unités classiques de contre-courant simulé :
2) une consommation de solvant très réduite et une quantité de phase 10 fixe plus faible qu'avec une séparation discontinue isocratique ou en gradient d'élution.

En d'autres termes l'invention a pour objet de réunir en un seul procédé fonctionnant en continu les techniques du gradient d'élution 15 et du contre-courant simulé, sans que l'invention ne puisse être considérée comme une simple juxtaposition de deux étapes distinctes.

Un autre objet de l'invention est d'apporter une amélioration substantielle au contre-courant simulé classique (où seuls deux 20 effluents : un raffinat et un extrait sortent de l'unité). Il arrive en effet assez souvent que la charge contienne des traces d'un produit très fortement adsorbé sur la phase fixe. Il en résulte une accumulation qui fait baisser progressivement les performances de l'unité et nécessite à la longue un arrêt pour régénérer l'adsorbant.
25 Grâce à l'invention on peut éviter ces arrêts soit en régénérant en continu, soit de préférence en appliquant périodiquement une séquence de régénération qui ne stoppe pas pour autant la production.

De manière générale, l'invention concerne un procédé de séparation 30 en continu et en phase fluide d'un mélange ou charge, d'au moins trois constituants en trois fractions, dans lequel on fait circuler un fluide comprenant ledit mélange et du solvant à co-courant sur un sorbant contenu dans au moins une colonne de séparation présentant à intervalles réguliers d'espace, des entrées d'alimentation d'au moins

une partie du fluide circulant en aval de ces entrées, des sorties de soutirage d'au moins une partie du fluide circulant en aval de ces entrées, ladite colonne présentant une liaison ou boucle de circulation externe du fluide entre une extrémité amont et une 5 extrémité aval, on fait se déplacer à co-courant les dites sorties de soutirage et les entrées d'alimentation dans des conditions dites à contre-courant simulé, les constituants présentant vis-à-vis du sorbant et du solvant des degrés de forte, moyenne et faible adsorption relative, le procédé étant caractérisé par la combinaison 10 des étapes suivantes :

- a) On détermine cinq zones contigues 2,3,4,5 et 6 ayant des fonctions distinctes et étant connectées en série entre elles de sorte que les dites zones et la liaison externe assurent une continuité.
- 15 b) On détermine une zone 2 d'adsorption du ou des constituants les moins adsorbés dans la colonne, ladite zone 2 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre une sortie d'un raffinat R "au solvant faible" à une extrémité amont de cette zone et une sortie d'un courant de recyclage à une extrémité aval de ladite zone.
- c) On détermine une zone 3 d'adsorption du ou des constituants moyennement adsorbés dans la colonne, ladite zone étant définie par une quantité de sorbant localisée entre une entrée dudit mélange à une 25 extrémité amont de ladite zone et la sortie du raffinat R au solvant faible, ladite zone 3 étant située immédiatement en amont de la zone 2.
- d) On détermine une zone 4 de désorption du ou des constituants les 30 moins adsorbés immédiatement en amont de la zone 3, ladite zone 4 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre ladite entrée du mélange et une sortie d'un extrait E_1 au solvant dit faible défini ci-dessous, à une extrémité amont de ladite zone 4.

- e) On détermine une zone 5 de désorption du ou des constituants moyennement adsorbés immédiatement en amont de la zone 4, ladite zone 5 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre ladite sortie de l'extrait E_1 au solvant faible et une entrée d'une 5 alimentation en solvant faible à une extrémité amont de ladite zone 5.
- f) On détermine une zone 6 de désorption du ou des constituants les plus adsorbés immédiatement en amont de la zone 5, ladite zone 6 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre une sortie d'un 10 extrait E_2 au solvant dit fort défini ci-dessous à une extrémité aval de ladite zone 6 et une entrée d'une alimentation en solvant fort à une extrémité amont de ladite zone.
- g) On alimente en solvant dit fort S_2 l'extrémité amont de la zone 6, 15 en le même solvant dit faible S_1 l'extrémité amont de la zone 5 et en ledit mélange l'extrémité amont de la zone 3, le solvant S_2 étant à une température et/ou à une pression plus élevée que celle du solvant S_1 .
- 20 h) On fait circuler le mélange et un courant issu de la zone 4 dans la zone 3 dans des conditions d'adsorption telles qu'elles permettent l'adsorption du ou des constituants moyennement adsorbés dans ladite zone 3 et l'on soutire le raffinat R comprenant le ou les constituants les moins adsorbés et une partie du solvant S_1 de la zone 3, que l'on 25 sépare.
- i) On fait circuler le solvant fort S_2 et une partie au moins du courant issu de la zone 2 dans la zone 6 dans des conditions de désorption telles qu'elles permettent la désorption du ou des 30 constituants les plus adsorbés dans la zone 6 et l'on soutire l'extrait E_2 comprenant le ou les constituants les plus adsorbés et une majeure partie du solvant S_2 , de la zone 6, que l'on sépare.

j) On fait circuler le solvant S_1 et la partie restante du courant issu de la zone 6 dans la zone 5 dans des conditions de désorption telles qu'elles permettent la désorption du ou des constituants moyennement adsorbés dans la zone 5 et l'on soutire l'extrait E_1 5 comprenant le ou les constituants moyennement adsorbés et une partie du solvant S_1 , de la zone 5, que l'on sépare.

k) On fait circuler un courant issu de la zone 5 dans la zone 4 dans des conditions de désorption telles qu'elles permettent la désorption 10 du ou des constituants les moins adsorbés et l'adsorption des constituants moyennement adsorbés.

l) On fait circuler la partie restante du courant issu de la zone 3 dans la zone 2 dans des conditions d'adsorption telles qu'elles 15 permettent l'adsorption du ou des constituants les moins adsorbés dans la zone 2.

m) On fait périodiquement avancer de manière synchrone à travers la colonne de sorbant dans la direction de la circulation du mélange et 20 du solvant, l'entrée du mélange, la sortie du raffinat R, l'entrée du solvant fort S_2 , la sortie de l'extrait E_1 , et la sortie du courant de recyclage de façon à déplacer les zones 2,3,4,5 et 6 dans la colonne de sorbant et à produire les trois fractions : ledit raffinat R, ledit extract E_1 et ledit extract E_2 , chacune de ces fractions contenant au 25 moins un constituant, le ou les constituants de chaque fraction étant sensiblement récupérés en totalité.

Ledit procédé est en outre caractérisé en ce qu'on fait s'écouler le courant de recyclage prélevé à l'extrémité aval de la zone 2 30 alternativement à l'extrémité amont de la zone 6 puis à l'extrémité amont de la zone 5 et en ce qu'on fait s'écouler une partie au moins du courant prélevé à l'extrémité aval de la zone 6 alternativement à l'extrémité amont de la zone 5 puis vers la sortie de l'extrait E_2 au solvant fort S_2 .

Plus précisément, on introduit en continu, en phase liquide, vapeur ou supercritique :

- 1) deux mêmes fluides désorbants qui diffèrent par leurs propriétés physiques (température ou pression) et qui présentent des affinités différentes pour la phase fixe de contact définie plus bas (sorbant). On parle alors de solvant fort S_2 et de solvant faible S_1 ; S étant le même solvant ;
- 10 2) un mélange d'alimentation qui contient au moins trois constituants dont deux au moins sont adsorbés de manière largement différente par la phase fixe de contact définie plus bas. Ces trois flux sont mis en contact avec des particules de sorbant et circulent à travers les zones définies ci-dessus.
- 15 Par solvant fort S_2 ou solvant faible S_1 , on entend en général deux solvants de même nature chimique mais utilisés soit à des températures différentes, soit à des pressions différentes, soit à des températures et des pressions différentes.
- 20 Le solvant dit fort S_2 sera le solvant utilisé à une température plus élevée et/ou à pression plus élevée, ou à pression plus élevée et à température plus faible que celle du solvant faible tandis que ce dernier sera le même solvant utilisé à température plus faible et/ou à 25 pression plus faible que celle du solvant dit fort.

Le solvant ou désorbant utilisé est judicieusement choisi en fonction du type d'adsorbant, de la séparation des constituants à effectuer et de la séparation ultérieure, distillation par exemple, entre le 30 solvant et les constituants.

Le solvant peut être choisi par exemple parmi les solvants organiques, l'eau, le dioxyde de carbone.

Ce solvant, dans la dénomination solvant dit fort S_2 est généralement utilisé à une température supérieure d'au moins 10°C et avantageusement de 20 à 50°C à celle du même solvant dit faible S_1 . Le solvant, selon l'invention S_2 peut aussi être utilisé à une pression 5 supérieure d'au moins 1 MPa et avantageusement supérieure de 2 à 20 MPa à celle du même solvant dit faible S_1 .

Il peut être aussi intéressant de combiner une température et une pression plus élevées pour le solvant dit fort par exemple d'au moins 10 10°C et d'au moins 1 MPa, que celles du solvant dit faible. On peut même opérer avec un solvant dit fort à une pression plus élevée d'au moins 1 MPa et une température d'au moins 10°C que celles recommandées pour le solvant dit faible, le résultat devant être dans tous les cas que le sorbant ait une affinité plus grande pour le 15 solvant dit fort que pour le solvant dit faible.

Le solvant est en général miscible avec le mélange. On ne rencontrera habituellement qu'une seule phase à la fois dans l'espace interparticulaire du sorbant.

20 Ce sorbant (adsorbant, absorbant ou gel) est judicieusement choisi en fonction de la séparation des constituants à réaliser dans un milieu solvant donné. Il est généralement choisi dans le groupe parmi les zéolithes naturelles ou synthétiques, les charbons actifs, les 25 silices, les silice-alumines éventuellement greffées, les argiles éventuellement pontées, les polymères et copolymères éventuellement fonctionnalisés tels que le gel de polystyrène réticulé au divinylbenzène et par exemple sulfoné, les résines échangeuses d'ions, et leurs mélanges.

30 La granulométrie est habituellement comprise entre 1 micromètre et 1 cm et de préférence comprise entre 5 micromètres et 1 millimètre. Elle est généralement choisie, de manière à réaliser un compromis optimal entre la séparation et la perte de charge admissible. La forme

des particules de sorbant peut être quelconque et de préférence sphérique.

La température et la pression de la séparation sont généralement 5 celles comprises sensiblement entre la température et la pression d'utilisation du solvant fort S_2 et la température de la pression d'utilisation du solvant faible S_1 .

Chaque zone est constituée d'au moins une section, de préférence de 10 plusieurs sections (3 à 6) d'égal volume reliées en série, chaque section étant remplie d'une masse de particules d'un sorbant solide ou d'un gel.

Selon le principe du contre-courant simulé en général, le temps est 15 divisé en cycles définis comme le temps au bout duquel la configuration de l'unité se retrouve exactement à l'identique. Chaque cycle est divisé en autant de périodes que l'unité comporte de sections. Chaque période définit le temps s'écoulant entre les permutations de section d'une zone à l'autre.

20 A chaque période, l'unité se retrouve homothétique à elle-même : le nombre de sections dans chaque zone restant constant, tandis que les points d'introduction et de prélèvement se déplacent d'une section. Pendant chaque période les débits à l'intérieur de chaque zone restent 25 constants.

Selon le principe particulier de l'invention chaque période est en outre divisée en deux ou trois étapes, chaque étape étant définie comme un temps pendant lequel tous les débits restent constants - 30 étant entendu que dans deux zones successives les débits sont en général différents.

Les conditions d'adsorption et les conditions de désorption selon le procédé de l'invention mettent en jeu en général des débits

d'alimentation et de soutirage mis en oeuvre par des moyens de régulation de ces débits, tels que les fronts d'élution se déplacent dans les différentes zones de l'amont vers l'aval de la colonne (direction de l'écoulement) avec sensiblement la même vitesse.

5

Selon une caractéristique de l'invention, on peut alimenter les différentes zones et récupérer les différents effluents de la façon suivante :

- 10 a) On alimente la zone 6 durant une première étape avec un débit $d_3 = d_1 + d_2$ avec d_1 étant le débit du courant de recyclage issu de la zone 2 et d_2 étant le débit d'alimentation en solvant fort S_2 , puis durant une deuxième étape avec un débit d_3 , de solvant fort S_2 sensiblement identique au débit lors de la première étape, et on récupère durant la 15 première étape du solvant faible que l'on envoie dans un réservoir de stockage et durant une seconde étape, on récupère l'extrait E_2 au solvant fort que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants les plus adsorbés.
- 20 b) On alimente la zone 5 durant une première étape avec un débit d_5 tel que $d_5 < d_3$ d'une partie au moins du solvant faible provenant du réservoir ci-dessus et durant la seconde étape, on alimente la zone 5 avec un débit d_1 du courant de recyclage issu de la zone 2 et avec un débit d_4 , tel que $d_4 = d_5 - d_1$, de la partie restante de solvant 25 faible issue du réservoir de stockage puis éventuellement de solvant faible supplémentaire, et on récupère au moins en partie l'extrait E_1 au solvant faible avec un débit d_6 tel que $d_6 < d_5$, que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants moyennement adsorbés.
- 30 c) On alimente la zone 4 en la partie restante du flux issu de la zone 5 avec un débit égal à $d_5 - d_6$ de façon à obtenir en sortie un courant issu de la zone 4 de même débit.
- d) On alimente la zone 3 en ledit mélange avec un débit d_7 et en ledit

courant issu de la zone 4 avec le débit $d_5 - d_6$, soit un débit total $d_5 - d_6 + d_7$ et l'on récupère avec un débit d_8 une partie au moins du raffinat R au solvant faible, que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants les moins adsorbés, le débit d_8 étant tel que $d_8 +$

5 $d_6 = d_4 + d_7$.

e) On alimente la zone 2 en la partie restante issue de la zone 3 avec un débit égal à $d_5 - d_6 + d_7 - d_8$ soit d_1 et on récupère avec un débit d_1 le courant de recyclage pour alimenter la zone 6, puis la zone 5,

10 comme indiqué dans les étapes a et b.

L'invention concerne aussi le dispositif permettant notamment la mise en oeuvre du procédé, en continu. Il comprend un dispositif de séparation en continu et en phase fluide d'un mélange d'au moins trois constituants en trois fractions caractérisé en ce qu'il comprend en combinaison : au moins une colonne de séparation comportant cinq zones contiguës dont chacune comprend au moins 1 section cylindrique remplie d'un sorbant, chaque section étant de volume sensiblement identique et ayant une entrée et une sortie, la sortie d'une section étant reliée à l'entrée de la suivante par une liaison 100 adaptée à la circulation du fluide dans un direction déterminée grâce à des moyens anti-retour connectés à cette liaison, l'entrée de chaque section comportant, en aval de ces moyens anti-retour, des moyens d'alimentation 38 en mélange, des moyens d'alimentation 36 en solvant S_1 dit faible et des moyens d'alimentation 37 en solvant S_2 dit fort, la sortie de chaque section comportant, en amont des moyens anti-retour des moyens de soutirage 31 d'un extrait E_1 au solvant S_1 , des moyens de soutirage 30 d'un extrait E_2 au solvant S_2 , des moyens de soutirage 32 d'un raffinat R et au solvant S_1 , des moyens de soutirage 33 d'un courant de recyclage, au plus soit un de ces moyens d'alimentation étant adapté à délivrer une alimentation, soit un de ces moyens de soutirage étant adapté à délivrer un soutirage : deux de ces moyens ne peuvent pas entrer en action simultanément entre deux sections déterminées, le dispositif étant caractérisé en outre en ce que l'ensemble de ces

moyens d'alimentation et de soutirage est agencé de telle façon que :

- une cinquième zone 6 est délimitée par une entrée reliée aux moyens d'alimentation en solvant S_2 et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en extrait E_2 ou solvant fort ;

- une quatrième zone 5 immédiatement en aval de la cinquième zone est délimitée par une entrée reliée aux moyens d'alimentation en solvant S_1 , dit faible et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en extrait E_1 au solvant faible ;

- une troisième zone 4 immédiatement en aval de la quatrième zone est délimitée par une entrée reliée à la sortie de la quatrième zone et par une sortie reliée aux moyens d'alimentation en mélange ;

15

- une seconde zone 3 immédiatement en aval de la troisième zone est délimitée par une entrée reliée à la sortie de la troisième zone et par une sortie reliée aux moyens de soutirage du raffinat R au solvant faible ;

20

- une première zone 2 immédiatement en aval de la seconde zone est délimitée par une entrée reliée à la sortie de la seconde zone et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en courant de recyclage ;

25 le dispositif étant en outre caractérisé en ce qu'il comprend :

- des moyens de déplacements successifs, dans la direction de la circulation du fluide des dits moyens de soutirage de l'extrait E_1 , de l'extrait E_2 , du raffinat R et du courant de recyclage d'une part et 30 d'autre part des dits moyens en alimentation en solvant S_1 , en solvant S_2 , et, en mélange, ces moyens étant adaptés à réaliser des conditions dites à contre-courant simulé, le dispositif étant de plus caractérisé en ce qu'il comporte des moyens adaptés à connecter la sortie de la première zone 2 alternativement à l'entrée de la cinquième zone 6 puis

à l'entrée de la quatrième zone 5 et en ce qu'il comporte des moyens adaptés à connecter la sortie de la cinquième zone 6 alternativement à l'entrée de la quatrième zone 5 puis aux moyens de soutirage de l'extrait E_2 , au solvant fort.

5

Selon la complexité du mélange, on choisit le nombre total de sections de colonne. De préférence, ce nombre de sections est compris entre 4 et 24. Les sections de colonne sont en général de même section et de forme cylindrique. Une liaison externe relie chaque section et peut 10 comporter de manière avantageuse, l'ensemble de moyens d'alimentation en solvant et en mélange en aval des moyens anti-retour cités ci-haut. La liaison peut comporter, avantageusement, l'ensemble des moyens de soutirage ci-dessus en extraits, en raffinat et en courant de recyclage, en amont des moyens anti-retour.

15

Selon une autre caractéristique de l'invention, les moyens d'alimentation en solvant S_2 comportent en général des moyens 45 de chauffage et/ou des moyens de mise en pression reliée à une alimentation en solvant S_2 et les moyens d'alimentation en solvant S_1 , 20 comportent des moyens de refroidissement et/ou des moyens de mise en pression reliés à son alimentation, ces derniers étant adaptés à réaliser une pression plus faible que celle obtenue pour le solvant S_2 .

25 L'invention sera mieux comprise au vu des figures 1,2,3,4,5 et 6 illustrant de manière non limitative le procédé et le dispositif, parmi lesquelles :

- La figure 1 représente le détail d'agencement entre deux sections 30 successives selon le mode de mise en oeuvre de l'invention.

- La figure 2 représente le schéma de principe du mode de mise en oeuvre de l'invention à un instant donné. On représente dans ce schéma 24 sections (5 en zone 6, 5 en zone 3, 4 en zone 4, 4 en zone 3, et 6

en zone 2) ; la douzième période du cycle est désignée arbitrairement comme correspondant à l'introduction de solvant à température élevée donc au début de la zone 6 en section 12.

5 - La figure 3 représente en détail la liaison des différentes sections aux sept vannes tournantes pour la mise en oeuvre de l'invention.

- La figure 4 représente un exemple de mise en oeuvre du procédé avec du solvant chaud (S_2) et le même solvant à température plus faible 10 (S_1).

- La figure 5 montre un profil de température dans les différentes zones de la colonne de séparation.

15 - La figure 6 représente une vanne particulière permettant de travailler à des niveaux de pression substantiellement différents entre deux sections successives par exemple lorsque le solvant fort S_2 est un fluide largement supercritique alors que le solvant faible est constitué par le même fluide légèrement sous-critique.

20 Comme l'indique la figure 2 qui est relative arbitrairement à la 12ème période du cycle le système de séparation par sorption selon l'invention comprend essentiellement des colonnes remplies de particules d'adsorbant solide ou de gel d'adsorbant semi-solide divisé 25 en 5 zones :

- Zone de désorption (6) par le solvant fort du produit le plus fortement adsorbé.

30 - Zone de désorption (5) par le solvant faible du produit moyennement adsorbé.

- Zone de désorption (4) par le solvant faible et le produit moyennement adsorbé du produit peu ou pas adsorbé.

- Les zones (4) et (5) sont également des zones de rétention du produit le plus fortement adsorbé.
- Zone d'adsorption (3) des produits fortement et moyennement adsorbés,
- Zone d'adsorption ou d'élimination (2) du produit peu (ou pas) adsorbé, et zone de reconditionnement de colonne ou de désorption du solvant fort par le solvant faible.

10 Les écoulements des divers fluides sont les suivants :

Zone 6 : - Le solvant fort S_2 est pompé par la pompe PS2 ; on ajoute pendant la première étape de la période le courant de recyclage 10, via les lignes 19 et 7, on mesure la pression du courant 11 pour la réguler. Ce flux est envoyé par la vanne VS2 à l'entrée de la section C12. Lors de la seconde étape de chaque période la vanne 9 est fermée et du solvant fort est envoyé à l'entrée de C12.

- A la sortie de la section C16 sélectionnée par la vanne VE2, la pompe PE2 évacue à travers la ligne 12 l'intégralité du flux. Pendant la première étape de la période la vanne 112 est fermée, la vanne 113 est ouverte et ce flux est dirigé vers le réservoir tampon 114. Pendant la seconde étape de la période, la vanne 113 est fermée, la vanne 112 est ouverte et le flux dirigé vers la distillation DIST. E2 qui sépare le solvant fort du produit le plus fortement adsorbé.

Zone 5 : La pompe PS1 approvisionne pendant une première partie de la période le contenu du réservoir tampon 114 et pendant une seconde partie de la période du solvant faible S1. Pendant la première étape de chaque période la vanne 13 est fermée, alors que pendant la seconde étape de chaque période elle est ouverte et l'on adjoint à la ligne 14 le courant de recyclage 8 issu de la zone (2) via les lignes 19 et 7. L'ensemble du flux de la ligne 14 est orienté par la vanne VS1 vers l'entrée de section C17.

- A la sortie de la section C21 le flux est divisé en deux, une partie transite par la ligne 15 orientée par la ligne VET vers la régulation de débit FRCE composée d'une vanne de laminage d'un débitmètre situé en aval et d'une régulation. Ce flux finit dans la colonne à distiller
 5 Dist. El qui sépare le solvant faible du produit moyennement adsorbé.

Zone (4) : L'autre partie du flux issue de la section C21 s'écoule vers C22, et ressort intégralement de cette zone à la sortie de la section C1.

10

Zone (3) : A l'intégralité du flux issu de C1 on adjoint par la pompe de charge PC et au moyen de l'orientation de ligne 16 donnée par la vanne VC un courant de charge à l'entrée de la section C2.

15 A la sortie de la section C5 une partie du flux est prélevée à travers la ligne 17 positionnée par la vanne VR. Ce courant de raffinat est détendu à travers la vanne de régulation de pression PRCR ; la pression étant mesurée sur la ligne 11, le flux de raffinat s'évacue vers la distillation Dist R qui sépare le solvant faible du produit
 20 peu ou pas adsorbé.

Zone (2) : Elle comprend avantageusement au moins quatre sections. L'autre partie du flux issue de C5 continue en section C6. A la sortie de la section C11 la vanne VRcy oriente la ligne 19 qui permet de
 25 prélever l'intégralité du flux issu de la section C11 au moyen de la pompe PRcy. En aval de cette pompe la ligne 7 permet de rejoindre soit la ligne n° 10 pendant la première étape de la période (vanne 9 ouverte, vanne 13 fermée), soit la ligne 8 pendant la seconde partie de la période (vanne 9 fermée, vanne 13 ouverte).

30

L'agencement des liaisons entre chaque deux sections de ce mode de mise en oeuvre selon l'invention est représenté en figure 1.

Le déroulement des vingt-quatre périodes du cycle entre les sections C6 et C7 est le suivant :

Période (1) : Jonction C6 - C7 en zone (5) ; l'intégralité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34 ; débit nul dans les lignes 30 à 33 et 36 à 38.

5 Période (2) : Jonction C6 - C7, correspond à la jonction zone (5) zone 6, l'intégralité du flux sortant de la section C6 est prélevée par la ligne 30 qui coïncide alors avec la ligne 12, les débits dans les lignes 31 à 33 et dans le clapet anti-retour sont nuls ; la totalité du flux entrant en section C7 transite par la ligne 36
10 correspondant alors à la ligne 14, les débits dans les lignes 37 et 38 sont nuls.

Périodes (3 à 6) : Jonction C6 - C7 en zone (6), l'intégralité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34, débit nul dans les lignes
15 30 à 33 et 36 à 38.

Période (7) : Jonction C6 - C7, correspond à la jonction zone (6), zone (2), l'intégralité du flux sortant de la section C6 est prélevée par la ligne 33 qui correspond alors avec la ligne 19, les débits dans
20 les lignes 30 à 32 et le clapet anti-retour 34 sont nuls ; la totalité du flux entrant en section C7 transite par la ligne 37 qui coïncide alors avec la ligne 11, les débits dans les lignes 36 et 38 sont nuls.

Périodes (8 à 12) : Jonction C6 - C7 en zone (2), l'intégralité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34, débits nuls dans les lignes 30 à 33 et 36 à 38.

Période (13) : Jonction C6 - C7, correspond à la jonction entre les zones (3) et (2) une partie du courant issu de la section 6 est
30 prélevée par la ligne 32 qui coïncide ainsi avec la ligne 17, les débits dans les lignes 30, 31 et 33 sont nuls, l'autre partie du courant issu de la section C6 transite à travers le clapet anti-retour 34 pour rentrer en section C7 ; les débits dans les lignes 36 à 38 sont nuls.

Périodes (14) à (16) : Jonction C6 - C7 en zone (3), l'intégralité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34, débits nuls dans les lignes 30 à 33 et 36 à 38.

- 5 Période (17) : Jonction C6 - C7, correspond à la jonction zone (3), zone (4). L'intégralité du flux issu de la section C6 transite à travers le clapet anti-retour 34. Les débits sont nuls dans les lignes 30 à 33. On adjoint à ce flux un courant de charge par la ligne 38 qui coïncide alors avec la ligne 16, les débits dans les 10 lignes 36 et 37 sont nuls.

Périodes (18) à (20) : Jonction C6 - C7 en zone (4). La totalité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34 ; débits nuls dans les lignes 30 à 33 et 36 à 38.

- 15 Période (21) : Jonction C6 - C7 coïncide avec la jonction zone (4), zone (5). Une partie du courant issu de la section C6 est prélevée par la ligne 31 qui correspond alors à la ligne 25, les débits dans les lignes 30, 32 et 33 sont nuls. L'autre partie de ce courant transite 20 par le clapet anti-retour 34 ; débits nuls dans les lignes 36 à 38.

Périodes (22) à (24) : Jonction C6 - C7 en zone (5). La totalité du flux transite à travers le clapet anti-retour 34 ; débits nuls dans les lignes 30 à 33 et 36 à 38.

- 25 A la fin de la vingt-quatrième période le cycle se trouve bouclé, et, le dernier mouvement des vannes VS2, VE2, VS1, VET, VC, VR et VRcy ramène la jonction C6 - C7 dans sa configuration initiale : c'est le début d'un autre cycle.

- 30 La figure 3 représente un schéma détaillé du procédé selon la mise en oeuvre de l'invention représentée en figures (1) et (2). La numérotation des lignes combine celles des figures (1) et (2). Ainsi le prélèvement d'extrait au solvant fort correspond toujours au

suffixe 30, le prélèvement d'extrait au solvant faible correspond toujours au suffixe 31, le prélèvement de raffinat correspond toujours au suffixe 32, le prélèvement du courant de recycle correspond au suffixe 33, l'ajonction de solvant faible correspond toujours au suffixe 36, l'ajonction de solvant fort au suffixe 37, et, enfin l'ajonction du courant de charge au suffixe 38. D'autre part les préfixes indiquent le numéro de la section vers laquelle un courant va rentrer ou de laquelle il est sorti. Par exemple, la ligne 3/36 désigne la liaison entre la vanne de solvant faible VS1 et l'entrée en section C3, la ligne 1/31 désigne la liaison entre la sortie de la section C1 et la vanne d'extrait au solvant faible VE1.

De plus, l'entrée commune de la vanne de charge s'appelle toujours 16, l'entrée commune de la vanne de solvant faible s'appelle toujours 14, 15 l'entrée commune de la vanne de solvant fort s'appelle toujours 11 ; tandis que les sorties communes des vannes de raffinat, d'extrait au solvant fort, d'extrait au solvant faible et de recyclage s'appellent toujours respectivement 17, 12, 15 et 19.

- 20 Ainsi, dans les commentaires des figures 1 et 2 lorsque l'on dit qu'en période 13 la jonction C6 - C7 correspond à la jonction zone (2), zone (3) et que de ce fait les lignes 32 et 17 se trouvent en coïncidence il faut comprendre que la vanne VR met en communication les lignes 6/32 et 17 et qu'ainsi la ligne 17 se trouve, pendant le temps de 25 cette 13ème période, prolongée jusqu'à la sortie de la zone 6. D'après cette figure on comprend aisément que pour 24 sections et 7 vannes tournantes 168 lignes de ce type relient chaque section à chaque vanne.
- 30 La figure 4 représente la variante préférée du mode de mise en oeuvre de l'invention.

La figure 5 représente un exemple de profil de température souhaitable dans les cinq zones caractérisant le procédé.

La figure 4 selon un mode préféré de mise en oeuvre reprend la figure 2 de façon simplifiée mais en montrant de plus le four 45, les échangeurs 46 et 48 et les réfrigérants 47 et 49. Lorsque le solvant fort S2 et le solvant faible S1 sont de même nature, la seule 5 différence provient par exemple de deux températures d'injection T_1 et T_2 substantiellement différentes avec $T_2 > T_1$.

Pendant la première étape de chaque période rentrent en zone 6 - via la ligne 10 un courant de recyclage issu de la zone (2) initialement à 10 la température T_7 cette température peut être éventuellement régulée par échange de chaleur avec l'extrait 2 (température T_4) issu de la zone 6, au moyen de l'échangeur 46 - via la ligne 11 un courant de solvant chauffé par le four 45. La température à la sortie du four 45 doit être telle qu'à l'entrée de la zone 6 la température de la 15 ligne 11, T_1 soit assurée de manière stable.

Pendant la seconde étape de chaque période la vanne 9 est fermée et le seul courant de solvant est assuré par la ligne 11. Pendant la totalité de la période le débit et la température à l'entrée de la 20 zone (6) sont maintenus constants.

A la sortie de la zone 6, la température varie constamment tout au long de la période entre T'_2 et T'_4 avec $T'_2 < T'_4$, pendant la première étape la température est comprise entre T'_2 et $T'_2 + \frac{T'_2 + T'_4}{2}$, 25 pendant la plus grande partie de cette première étape la température se maintient entre T'_2 et $\frac{T'_2 + T'_4}{5}$; à la fin de la première étape la température augmente très vite de $T'_2 + \frac{T'_2 + T'_4}{5}$ à $T'_2 + \frac{T'_2 + T'_4}{2}$. Pendant toute la première étape le flux issu de la zone 6 est envoyé vers la réserve 114, la vanne 113 étant ouverte et la vanne 112 fermée. Pendant la seconde étape de la période, la température du flux 30 issu de la zone (6) vers la ligne 12 passe brusquement de $T'_2 + \frac{T'_2 + T'_4}{2}$ à T'_4 puis pendant la plupart de la période la température reste comprise entre T'_4 et T_4 . Pendant cette seconde étape le corps le plus fortement adsorbé ressort de la zone 6, la vanne 113 est fermée, la

vanne 112 est ouverte et le solvant est séparé du soluté le plus fortement adsorbé dans la colonne de distillation Dist E₂.

Pendant une première partie de la période on introduit en zone 5 le
 5 solvant contenu dans la réserve 114 à une température légèrement supérieure à T'₂ par la pompe S₁ et la vanne S₁ à travers la ligne 14. Pour ramener la température moyenne de la première section de la zone 5 à T'₂, pendant la seconde partie de la période on introduit du solvant refroidi par le réfrigérant 47 à la température T₂. Pendant
 10 toute la durée de la période le débit à l'entrée de la zone (5) est maintenu constant. A la sortie de la zone (5) une partie du flux est prélevée via la ligne 15, la vanne VE1 et l'ensemble de régulation de débit FRCE1 et envoyé vers la distillation Dist E₁ où le solvant et le soluté moyennement adsorbés sont séparés.

15

La seconde partie du flux issu de la zone 5, circule vers la zone (4), sa température est T₅, avec T₅ légèrement supérieure à T'₂. A la sortie de la zone 4, l'intégralité du flux est envoyée vers la zone (3). On y adjoint au moyen de la pompe de charge PC et de la vanne VC
 20 via la ligne 16 de la charge à la température T₃ tel que T₅ > T₃ > T'₂. A la sortie de la zone (3) via la ligne 17 on prélève au moyen de la vanne VR et du dispositif de régulation de pression PRC R une partie du flux issu de la zone (3) pour l'envoyer vers la distillation Dist R où le solvant et le soluté peu ou pas adsorbé sont séparés. La
 25 seconde partie de ce flux continue vers la zone (2) où la température s'élève de T₆ à T₇ puisque la température dans la dernière section de la zone 2 est initialement T₈ avec T₈ légèrement inférieure à T₁.

La figure 6 représente un boisseau de vanne conique ainsi qu'un
 30 agencement des sections. Ce type particulier de vanne et l'agencement des sections afférant représente une variante de mise en oeuvre selon l'invention. Il s'agit ici d'obtenir en zone 6 un niveau de pression nettement plus élevé que dans les autres zones. Selon l'invention le solvant fort S₂ pourra être supercritique dans la zone 6 tandis que le

- solvant faible S_1 sera le même fluide légèrement sous critique dans les zones 5,4,3 et 2, une autre possibilité consistera à prendre comme solvant fort S_2 un fluide largement supercritique en zone (6) par exemple du CO_2 à 130 bars et 35°C et le même fluide juste au-dessus de son point critique par exemple du CO_2 à 80 bars et 35°C comme solvant faible S_1 . La vanne décrite en figure 6 s'insère juste en amont ou en aval du clapet anti-retour 34 (fig. 1). Seules les sections 13 à 17 ont été représentées. Dans la position représentée les sections 13 à 15 se trouvent en zone de haute pression tandis que les colonnes 16 et 17 se trouvent en zone de basse pression. L'écoulement entre les sections 13 et 14, 14 et 15 et 16 et 17 s'effectue comme à travers un simple tuyau de liaison 53, tandis qu'entre les sections 15 et 16 une vanne de régulation de pression 54 un régulateur et un capteur de pression différentiel 55 permettent de réguler une différence de pression entre les zones amont 56 et aval 57. Lorsque cette vanne tourne d'une position dans le sens des aiguilles d'une montre, c'est à la jonction des zones 16 et 17 que la différence de pression sera régulée. Bien entendu pour créer une telle zone de haute pression il faudra prélever à la fin de la zone 2 par la vanne de recyclage un courant de recyclage dont la pression sera augmentée au moyen de la pompe de recyclage et/ou envoyer par la vanne de solvant fort S_2 du solvant fort à une pression adéquate. Le boisseau de vanne 51 représenté permet donc un simple écoulement interne au boisseau conique 53 dans toutes les positions sauf une. Dans une position particulière le flux entrant dans la vanne est dirigé vers une boucle externe de régulation de pression différentielle 54 et 55 puis le fluide détendu retransite par la vanne 51 vers la sortie correspondante.
- 30 Les exemples suivants illustrent l'invention à titre non limitatif.
Exemple n° 1
On veut séparer sur une résine échangeuse d'ions (cationique) échangée au calcium, un mélange de 12 % de glucose, 78,5 % de xylose et 9,5 % poids d'arabinose en solution aqueuse à 400 g/l de matières sèches. On opère conformément au schéma de la figure (1). Le solvant fort et le

solvant faible sont tous deux de l'eau permutée, la différence de pouvoir éluant venant de la température. On dispose de 24 colonnes à double enveloppe, la température est imposée par une circulation d'eau extérieure et chaque colonne peut donc être thermostatée soit à 35°C,
 5 soit à 75°C. Les colonnes ont un diamètre intérieur de 1,6 cm et présentent la particularité d'être compressées axialement pour s'adapter aux variations de volume apparent de la phase active qui peuvent atteindre 2,8 %. Chaque période dure 37 min 30 secondes, le cycle complet comporte 24 périodes (voir figure 2), soit 15 h. A titre
 10 d'exemple on décrit seulement la première période du cycle brièvement. Pendant cette période la zone (6) est constituée des cinq premières colonnes C₁ à C₅ thermostatées à 75°C. Pendant la première étape de chaque période (durée 33 min 09 sec) on envoie en colonne C₁ un courant de recyclage issu de la zone (2) débit ($3,225 \text{ cm}^3/\text{min}$) ainsi
 15 qu'un appoint d'eau permutée de $1,415 \text{ cm}^3/\text{min}$, pendant la seconde étape de la période (33 min 10 sec à 37 min 30 sec). On envoie de l'eau permutée à raison de $4,64 \text{ cm}^3/\text{min}$. Pendant toute la durée de la période le débit en zone (6) est donc de $4,64 \text{ cm}^3/\text{min}$. A la sortie de la colonne 5 on prélève pendant une première partie de la période (de
 20 t = 0 à t = 7 min 12 sec), l'intégralité de ce flux pour l'envoyer vers un réservoir tampon (ce temps correspond au fait que la température de sortie de la colonne 5 met un peu plus de 7 minutes pour passer de 35°C à 60°C). Pendant le reste de la période on produit un flux ($4,64 \text{ cm}^3/\text{min}$) dont la composition moyenne est la
 25 suivante : xylose $0,27 \text{ g/l}^{-1}$, arabinose $1,87 \text{ g/l}^{-1}$, calcium environ 7 ppm poids de Ca(OH)₂.

Pendant la période 1 la zone (5) est constituée des colonnes 6 à 10 thermostatées à 35°C. Pendant une première partie de la période (de
 30 t = 0 à t = 8 min 19 sec) on introduit en colonne 6 l'intégralité du liquide contenu dans le réservoir tampon à raison de $4 \text{ cm}^3/\text{min}$, pendant une seconde partie de la période (de t = 8 min 20 sec à t = 33 min 10 sec) on introduit de l'eau permutée à raison de $4 \text{ cm}^3/\text{min}$, enfin, de (t = 33 min 1 sec à t = 37 min 30 sec) on introduit le

courant de recyclage issu de la zone (2) $3,225 \text{ cm}^3/\text{min}$ ainsi qu'un appoint d'eau permutee de $0,775 \text{ cm}^3/\text{min}$. A l'intérieur de la zone (5) le débit constant a pour valeur $4 \text{ cm}^3/\text{min}$. A la sortie de cette zone on préleve un courant d'extrait de $0,746 \text{ cm}^3$, dont la composition est

5 la suivante : glucose $0,93 \text{ g.l}^{-1}$, xylose $86,9 \text{ g.l}^{-1}$, arabinose $1,42 \text{ g.l}^{-1}$, calcium environ 6 ppm poids de Ca(OH)_2 . Pendant la période 1 la zone (4) est constituée des colonnes 11 à 14 (thermostatées à 35°C). A l'entrée de cette zone on approvisionne un courant de recyclage issu de la zone (5) de débit $3,254 \text{ cm}^3/\text{min}$. Ce débit reste

10 constant dans toute la zone (4) et est dirigé à sa sortie vers la zone (3). Pendant la période (1) la zone (3) est constituée des colonnes 15 à 18 (thermostatées à 35°C). A l'entrée de cette zone on ajoute au courant de recyclage de $3,25 \text{ cm}^3/\text{min}$ issu de la zone (4) un débit de charge de $0,213 \text{ cm}^3/\text{min}$. La composition de la charge est la suivante :

15 xylose 314 g.l^{-1} , glucose 48 g.l^{-1} , arabinose 38 g.l^{-1} . Le débit à l'intérieur de la zone (3) est de $3,467 \text{ cm}^3/\text{min}$. A la sortie de la zone (3) on préleve un courant de raffinat de $0,24 \text{ cm}^3/\text{min}$, dont la composition est la suivante : glucose $39,95 \text{ g.l}^{-1}$ et xylose $4,14 \text{ g.l}^{-1}$, calcium environ 6 ppm poids de Ca(OH)_2 . Pendant la période

20 1 la zone (2) est constituée des colonnes 19 à 24 thermostatées à 35°C . Le débit à l'entrée de la colonne 19 est de $3,225 \text{ cm}^3/\text{min}$, c'est un courant de recyclage issu de la zone (3). A l'intérieur de la zone le débit est constant à $3,225 \text{ cm}^3/\text{min}$. A la sortie de la zone (2) le courant est recyclé à l'entrée de la zone (6) de $t = 0$ à $t = 33 \text{ min}$

25 10 sec puis vers l'entrée de la zone (5) durant la fin de la période.

Exemple n° 2

On traite sur du charbon actif de grande surface spécifique ($530 \text{ m}^2/\text{g}$ mesurée par BET) de l'eau polluée par du phénol (0,57 % poids) de

30 l'orthocrésol (0,34 % poids) et du toluène (0,05 % poids). On régénère cet adsorbant par du dioxyde de carbone supercritique à une température d'environ 50°C et une pression de l'ordre de 14,5 M pascals.

Chaque section est constituée par une colonne d'inox de 1,5 m de hauteur et 30 cm de diamètre dans laquelle on a chargé environ 60 kg de charbon actif sous forme de poudre de granulométrie comprise entre 0,2 mm et 0,5 mm. On dispose de 24 colonnes de ce type reliées entre elles par les dispositifs décrits en figures 1, 2, 3 et une vanne telle que celle décrite en figure 6. L'agencement du procédé est voisin de ceux présentés en figures 1 et 2 avec cependant des séparations d'effluents très simplifiées (ballons séparateurs). Chacune des périodes dure 13 minutes 10 secondes.

10

Au cours de la première période du cycle, on approvisionne au moyen de la pompe et de la vanne de charge l'eau polluée à l'entrée de la section 1 et l'on recueille de l'eau propre à la sortie de la section 15 (teneurs résiduelles en impuretés phénol 0,7 ppm, orthocrésol 0,4 ppm, toluène 1,2 ppm, teneur en CO_2 0,45 %). Cet ensemble constitue la zone (3). Le débit d'eau polluée est 5 m^3/h , la pression à l'entrée de la section 1 est de l'ordre de 1,2 MPa à la sortie de la section 15 elle est de 0,3 à 0,4 MPa, tandis que la température de cette charge peut varier de 5°C à 35°C. Le débit d'eau propre à la sortie de la colonne 15 est sensiblement à 4,95 m^3/h : 4,75 m^3/h sont produits sous forme de raffinat, 0,2 m^3/h transite vers la section 16. Les colonnes sont disposées verticalement, l'entrée se fait à la partie inférieure, la sortie à la partie supérieure. Les 4,75 m^3/h d'eau propre sont envoyés vers un séparateur gaz liquide fonctionnant à pression atmosphérique et à température ambiante d'où l'on récupère environ 8 m^3/h de CO_2 gazeux et 4,73 m^3/h d'eau ne contenant plus que 0,13 % de CO_2 .

La zone 2 est constituée des colonnes 16 et 17. A l'entrée de cette zone un courant d'eau propre d'environ 0,2 m^3/h arrive de provenance de la zone 3. La sortie de la zone 17 est connectée à la vanne de recyclage VRcy. Au début de la période la pression dans la colonne 17 est 14 MPa. La vanne de recyclage VRcy met en connection la sortie de la colonne 17 à la pompe de recyclage PRcy capable de pomper un

mélange diphasique. Pendant la première étape de la période la pompe de recyclage renvoie du CO₂ supercritique contenant 0,47 % poids de phénol, 0,28 % poids d'orthocrésol et 0,02 % poids de toluène et 0,01 % d'eau vers la zone 6 (section n° 1) ; la pression dans la colonne 17 chute de 14,5 MPa à 7,5 MPa, tandis que la pression en colonne 16 monte de 0,2 à 0,8 MPa. Pendant cette première étape le courant de recyclage est monophasique. Pendant la seconde étape de la période, la pompe de recyclage est occultée ; un brouillard de CO₂ sous critique et d'eau (mélange diphasique) est détendu vers la zone 5 (section 23), à la fin de la seconde étape la pression en section 17 est de l'ordre de 3,6 MPa. Enfin lors de la troisième étape un compresseur aspire le CO₂ restant dans la section 17 à travers la vanne de recyclage pour le renvoyer vers la zone 5. A la fin de cette troisième étape, la pression dans les sections 16 et 17 est environ 0,15 MPa. Lors des seconde et troisième étapes de la période la composition moyenne du courant recyclé vers la zone 5 est la suivante : CO₂ 95,5 %, H₂O 4,15 %, phénol 0,19 % poids, orthocrésol 0,14 % poids, toluène 0,02 % poids.

La zone 6 est constituée des sections 18 à 22. Le débit à l'entrée de la zone 6 est de 2675 kg/h de CO₂ contenant environ 0,80 % d'impuretés phénol, orthocrésol, toluène, eau. Pendant la première étape de la période une partie de ce flux provient du courant de recyclage issu de la zone 2 et la majeure partie du courant est constituée de solvant fort, le tout transitant par la vanne de solvant fort VS2. Pendant les 2ème et 3ème étapes de la période l'intégralité du débit provient du courant de solvant fort. En moyenne sur la période l'entrée de solvant fort représente 2575 kg/h et le courant de recyclage 100 kg/h. Les caractéristiques physiques du fluide entrant en zone 6 sont les suivantes : P = 1,45 MPa, T = 50°C, ρ = 0,68 kg/dm³. L'extrait au solvant fort est recueilli à la sortie de la section 22. Pendant les 20 premières secondes on laisse la colonne finir de se pressuriser, pendant les 40 secondes suivantes une vanne analogue à celle de la figure 6 permet de détendre l'intégralité du flux qui transite vers la

zone 5 à 2,5 MPa. Enfin pendant le reste de la période on soutire 2 645 kg/h de mélange CO_2 - phénol orthocrésol toluène contenant environ 96,4 % poids de CO_2 . (Lors du premier cycle la teneur en CO_2 est de l'ordre de 99 % poids, lors du second environ 98,1 % poids, 5 lors du troisième 97,3 % poids ; la valeur stable de 96,4 % de CO_2 n'est atteinte qu'au 5ème cycle). Ce courant est évacué par la vanne multiposition VE_2 et un régulateur de débit massique situé en aval de cette vanne. Ce flux est envoyé au séparateur B12, où une détente isenthalpique se produit (pression contrôlée 7,8 MPa ; température 10 résultante 36°C) on obtient deux phases : la phase légère de densité 0,38 g/cm³ et de décomposition 99,18 % de CO_2 est produite à un débit de 2525 kg/h, tandis que la phase lourde de densité 1,02 g/cm³ et de composition 36 % de CO_2 , 64 % de mélange phénol, orthocrésol, toluène, eau est évacué sous contrôle de pression à raison de 120 kg/h. La 15 phase légère est directement renvoyée vers l'admission pompe de solvant fort PS2. La phase lourde est envoyée vers le Ballon B122 où elle est réchauffée pour être flashée à 50°C et 0,2 MPa. On obtient une phase liquide (77 kg/h contenant moins de 0,6 % poids de CO_2 (mélange phénol orthocrésol toluène) et une phase gazeuse contenant 20 environ 0,12 % d'impureté (43 kg/h). Cette phase est ramenée à 7,8 MPa au moyen d'un compresseur.

La section 23 constitue la zone 5 du procédé. Les branchements des lignes 36 et 31 (fig. 1) respectivement d'introduction de solvant 25 faible et d'extrait au solvant faible sont inversées. Dans cette zone contrairement à toutes les autres l'introduction se fait à la partie supérieure et le prélèvement à la partie inférieure. Le solvant faible est constitué de CO_2 gazeux plus ou moins pur selon sa provenance. Lors d'une première étape de la période le courant gazeux chasse l'eau 30 polluée contenue dans le vide intergrain vers la zone 4. Dans une seconde étape le CO_2 gazeux entraîne la plupart de l'eau contenue dans la macroporosité, on produit donc sous forme d'extrait au solvant faible un brouillard d'eau dans le CO_2 . On note de plus un enrichissement notable en toluène par rapport à la charge. Lors de la

troisième étape de la période on arrête le prélèvement d'extrait de manière à commencer la pressurisation de la section par du CO₂. Lors de la seconde étape l'extrait au solvant faible est envoyé vers le séparateur fonctionnant à 3°C et 0,5 MPa. La phase gazeuse CO₂ 99,7 % doit être recomprimée tandis que la phase liquide environ 35 kg/h présente un enrichissement en toluène par rapport à la charge : 0,09 % pds au lieu de 0,05 % pds. Ce courant est renvoyé vers le courant de charge.

REVENDICATIONS

1 - Procédé de séparation en continu et en phase fluide d'un mélange
5 ou charge, d'au moins trois constituants en trois fractions, dans
lequel on fait circuler un fluide comprenant ledit mélange et du
solvant à cocourant sur un sorbant contenu dans au moins une colonne
de séparation présentant à intervalles réguliers d'espace, des entrées
d'alimentation d'au moins une partie du fluide circulant en aval de
10 ces entrées, des sorties de soutirage d'au moins une partie du fluide
circulant en aval de ces entrées, ladite colonne présentant une
liaison ou boucle de circulation externe du fluide entre une extrémité
amont et une extrémité aval, on fait se déplacer à cocourant les dites
sorties de soutirage et les entrées d'alimentation dans des conditions
15 dites à contre-courant simulé, les constituants présentant vis-à-vis
du sorbant et du solvant des degrés de forte, moyenne et faible
adsorption relative, le procédé étant caractérisé par la combinaison
des étapes suivantes :

- 20 a) On détermine cinq zones contigues 2,3,4,5 et 6 ayant des fonctions
distinctes et étant connectées en série entre elles de sorte que les
dites zones et la liaison externe assurent une continuité,
- b) On détermine une zone 2 d'adsorption du ou des constituants les
25 moins adsorbés dans la colonne, ladite zone 2 étant définie par une
quantité de sorbant localisée entre une sortie d'un raffinat R "au
solvant faible" à une extrémité amont de cette zone et une sortie d'un
courant de recyclage à une extrémité aval de ladite zone,
- 30 c) On détermine une zone 3 d'adsorption du ou des constituants
moyennement adsorbés dans la colonne, la dite zone étant définie par
une quantité de sorbant localisée entre une entrée dudit mélange à une
extrémité amont de ladite zone et la sortie du raffinat R au solvant
faible, ladite zone 3 étant située immédiatement en amont de la
35 zone 2,

- d) On détermine une zone 4 de désorption du ou des constituants les moins adsorbés immédiatement en amont de la zone 3, ladite zone 4 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre ladite entrée du mélange et une sortie d'un extrait E_1 au solvant dit faible 5 défini ci-dessous, à une extrémité amont de ladite zone 4,
- e) On détermine une zone 5 de désorption du ou des constituants moyennement adsorbés immédiatement en amont de la zone 4, ladite zone 5 étant définie par une quantité de sorbant localisée entre ladite 10 sortie de l'extrémité E_1 au solvant faible et une entrée d'une alimentation en solvant faible à une extrémité amont de ladite zone 5,
- f) On détermine une zone 6 de désorption du ou des constituants les plus adsorbés immédiatement en amont de la zone 5, ladite zone 6 étant 15 définie par une quantité de sorbant localisée entre une sortie d'un extrait E_2 au solvant dit fort défini ci-dessous à une extrémité aval de ladite zone 6 et une entrée d'une alimentation en solvant fort à une extrémité amont de ladite zone,
- 20 g) On alimente en solvant dit fort S_2 l'extrémité amont de la zone 6, en le même solvant dit faible S_1 , l'extrémité amont de la zone 5 et en ledit mélange l'extrémité amont de la zone 3, le solvant S_2 étant à une température et/ou à une pression plus élevée que celles du solvant S_1 ,
- 25 h) On fait circuler le mélange et un courant issu de la zone 4 dans la zone 3 dans des conditions d'adsorption telles qu'elles permettent l'adsorption du ou des constituants moyennement adsorbés dans ladite zone 3 et l'on soutire le raffinat R comprenant le ou les constituants 30 les moins adsorbés et une partie du solvant S_1 de la zone 3, que l'on sépare,
- i) On fait circuler le solvant fort S_2 et une partie au moins du courant issu de la zone 2 dans la zone 6 dans les conditions de

désorption telles qu'elles permettent la désorption du ou des constituants les plus adsorbés dans la zone 6 et l'on soutire l'extrait E_2 comprenant le ou les constituants les plus adsorbés et une majeure partie de solvant S_2 , de la zone 6, que l'on sépare,

5

j) On fait circuler le solvant S_1 et la partie restante du courant issu de la zone 6 dans la zone 5 dans des conditions de désorption telles qu'elles permettent la désorption du ou des constituants moyennement adsorbés dans la zone 5 et l'on soutire l'extrait E_1 10 comprenant le ou les constituants moyennement adsorbés et une partie de solvant S_1 , de la zone 5, que l'on sépare,

k) On fait circuler un courant issu de la zone 5 dans la zone 4 dans des conditions de désorption telles qu'elles permettent la désorption 15 du ou des constituants les moins adsorbés et l'adsorption des constituants moyennement adsorbés,

l) On fait circuler la partie restante du courant issu de la zone 3 dans la zone 2 dans des conditions d'adsorption telles qu'elles 20 permettent l'adsorption du ou des constituants les moins adsorbés dans la zone 2,

m) On fait périodiquement avancer de manière synchrone à travers la colonne de sorbant dans la direction de la circulation du mélange et 25 du solvant, l'entrée du mélange, la sortie du raffinat R, l'entrée du solvant fort S_2 , la sortie de l'extrait E_2 , l'entrée de solvant faible S_1 , la sortie de l'extrait E_1 , et la sortie du courant de recyclage de façon à déplacer les zones 2,3,4,5 et 6 dans la colonne de sorbant et 30 à produire les trois fractions : ledit raffinat R, ledit extrait E_1 et ledit extrait E_2 , chacune de ces fractions contenant au moins un constituant, le ou les constituants de chaque fraction étant sensiblement récupérés en totalité,

Ledit procédé étant en outre caractérisé en ce qu'on fait s'écouler

le courant de recyclage prélevé à l'extrémité aval de la zone 2 alternativement à l'extrémité amont de la zone 6 puis à l'extrémité amont de la zone 5 et en ce qu'on fait s'écouler une partie au moins du courant prélevé à l'extrémité aval de la zone 6 alternativement à 5 l'extrémité amont de la zone 5 puis vers la sortie de l'extrait E_2 au solvant fort S_2 .

2 - Procédé selon la revendication 1, dans lequel les conditions d'adsorption et les conditions de désorption comprennent les débits 10 d'alimentation et de soutirage tels que les fronts d'élution se déplacent dans les différentes zones de l'amont vers l'aval de la colonne avec sensiblement la même vitesse.

3 - Procédé selon la revendication 1 ou 2, dans lequel :

15

a) On alimente la zone 6 durant une première étape avec un débit $d_3 = d_1 + d_2$ avec d_1 étant le débit du courant de recyclage issu de la zone 2 et d_2 étant le débit d'alimentation en solvant fort S_2 , puis durant une deuxième étape avec un débit d_3 de solvant fort S_2 20 sensiblement identique au débit lors de la première étape, et on récupère durant la première étape du solvant faible que l'on envoie dans un réservoir de stockage et durant une seconde étape on récupère l'extrait E_2 au solvant fort que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants les plus adsorbés,

25

b) On alimente la zone 5 durant une première étape avec un débit d_5 tel que $d_5 < d_3$ d'une partie au moins du solvant faible provenant du réservoir ci-dessus et durant la seconde étape, on alimente la zone 5 avec un débit d_1 du courant de recyclage issu de la zone 2 et avec un 30 débit d_4 , tel que $d_4 = d_5 - d_1$, de la partie restante de solvant faible issue du réservoir de stockage puis éventuellement de solvant faible supplémentaire, et on récupère au moins en partie l'extrait E_1 au solvant faible avec un débit d_6 tel que $d_6 < d_5$, que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants moyennement adsorbés,

- c) On alimente la zone 4 en la partie restante du flux issu de la zone 5 avec un débit égal à $d_5 - d_6$ de façon à obtenir en sortie un courant issu de la zone 4 de même débit,
- 5 d) On alimente la zone 3 en ledit mélange avec un débit d_7 et en ledit courant issu de la zone 4 avec le débit $d_5 - d_6$, soit un débit total $d_5 - d_6 + d_7$ et l'on récupère avec un débit d_8 une partie au moins du raffinat R au solvant faible, que l'on sépare de façon à obtenir le ou les constituants les moins adsorbés, le débit d_8 étant tel que
- 10 $d_8 + d_6 = d_4 + d_7$,
- e) On alimente la zone 2 en la partie restante issue la zone 3 avec un débit égal à $d_5 - d_6 + d_7 - d_8$ soit d_1 et on récupère avec un débit d_1 le courant de recyclage pour alimenter la zone 6, puis la zone 5,
- 15 comme indiqué dans les étapes a et b.
- 4 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel le solvant dit fort est utilisé à une température supérieure d'au moins 10°C et avantageusement supérieure de 20 à 50°C à celle du même solvant dit faible.
- 5 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel le solvant S_2 dit fort est utilisé à une pression supérieure d'au moins 1 MPa et avantageusement supérieure de 2 à 20 MPa à celle du même solvant dit faible.
- 6 - Procédé selon l'une des revendications 1 à 3 dans lequel le solvant dit fort est utilisé à une température supérieure d'au moins 10°C et à une pression supérieure d'au moins 1 MPa à la température et
- 30 à la pression du même solvant dit faible ou dans lequel le solvant dit fort est utilisé à une pression supérieure d'au moins 1 MPa à celle du solvant dit faible et à une température inférieure d'au moins 10°C à celle du solvant dit faible.

7 - Dispositif de séparation en continu et en phase fluide d'un mélange d'au moins trois constituants en trois fractions caractérisé en ce qu'il comprend en combinaison : au moins une colonne de séparation comportant cinq zones contiguës dont chacune comprend au moins une section cylindrique remplie d'un sorbant, chaque section étant de volume sensiblement identique et ayant une entrée et une sortie, la sortie d'une section étant reliée à l'entrée de la suivante par une liaison 100 adaptée à la circulation du fluide dans une direction déterminée grâce à des moyens anti-retour 34 connectés à cette liaison, l'entrée de chaque section comportant, en aval de ces moyens anti-retour, des moyens d'alimentation 38 en mélange, des moyens d'alimentation 36 en solvant S_1 , dit faible et des moyens d'alimentation 37 en solvant S_2 dit fort, la sortie de chaque section comportant, en amont des moyens anti-retour, des moyens de soutirage 31 d'un extrait E_1 au solvant S_1 , des moyens de soutirage 30 d'un extrait E_2 au solvant S_2 , des moyens de soutirage 32 d'un raffinat R au solvant S_1 et des moyens de soutirage 33 d'un courant de recyclage, soit un de ces moyens d'alimentation étant adapté à délivrer une alimentation, soit un de ces moyens de soutirage étant adapté à délivrer un soutirage, le dispositif étant caractérisé en outre en ce que l'ensemble de ces moyens d'alimentation et de soutirage est agencé de telle façon que :

- une cinquième zone 6 est délimitée par une entrée reliée aux moyens d'alimentation en solvant S_2 et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en extrait E_2 ou solvant fort ;
- une quatrième zone 5 immédiatement en aval de la cinquième est délimitée par une entrée reliée aux moyens d'alimentation en solvant S_1 , dit faible et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en extrait E_1 au solvant faible ;
- une troisième zone 4 immédiatement en aval de la quatrième zone est

délimitée par une entrée reliée à la sortie de la quatrième zone et par une sortie reliée aux moyens d'alimentation en mélange ;

- une seconde zone 3 immédiatement en aval de la troisième zone est 5 délimitée par une entrée reliée à la sortie de la troisième zone 4 et par une sortie reliée aux moyens de soutirage du raffinat R au solvant faible ;

- une première zone 2 immédiatement en aval de la seconde zone est 10 délimitée par une entrée reliée à la sortie de la seconde zone et par une sortie reliée aux moyens de soutirage en courant de recyclage ;

le dispositif étant en outre caractérisé en ce qu'il comprend :

15 - des moyens de déplacements successifs, dans la direction de la circulation du fluide, d'une part des dits moyens de soutirage de l'extrait E_1 , de l'extrait E_2 , du raffinat R et du courant de recyclage et d'autre part des dits moyens en alimentation en solvant S_1 , en solvant S_2 , et, en mélange, ces moyens étant adaptés à réaliser 20 des conditions dites à contre-courant simulé, le dispositif étant de plus caractérisé en ce qu'il comporte des moyens adaptés à connecter la sortie de la première zone 2 alternativement à l'entrée de la cinquième zone 6 puis à l'entrée de la quatrième zone 5 et en ce qu'il comporte des moyens adaptés à connecter la sortie de la cinquième zone 25 6 alternativement à l'entrée de la quatrième zone 5 puis aux moyens de soutirage de l'extrait E_2 , au solvant fort.

8 - Dispositif selon la revendication 7, caractérisé en ce que les moyens d'alimentation en solvant S_2 comportent des moyens 45 de chauffage et/ou des moyens de mise en pression reliés à une alimentation en solvant S_2 et en ce que les moyens d'alimentation en solvant S_1 comportent des moyens de refroidissement en solvants S_1 et/ou des moyens de mise en pression reliés à une alimentation en le même solvant S_1 , ces derniers étant adaptés à réaliser une pression

plus faible que celle obtenue pour le solvant S_2 .

9 - Dispositif selon la revendication 7 ou 8 caractérisé en ce qu'il comporte des moyens de régulation de débit reliés aux moyens 5 d'alimentation et de soutirage et adaptés à faire se déplacer les fronts d'élution dans les différentes zones à la même vitesse.

10 - Dispositif selon l'une des revendications 7 à 9 caractérisé en ce que les moyens d'alimentation en solvant S_1 , en solvant S_2 et en 10 mélange 38 et les moyens de soutirage en extrait E_2 , en extrait E_1 au solvant 5, en raffinat 32 et en courant de recyclage 33 comportent chacun d'eux une vanne adaptée à mettre alternativement en communication chacun de ces flux avec toutes les sections.

15 11 - Dispositif selon la revendication 8 dans lequel les moyens de mise en pression, comprennent une vanne adaptée à une circulation en série entre chaque deux sections consécutives et à une régulation de pression différentielle entre deux sections consécutives particulières, cette vanne étant connectée en série sur ladite 20 liaison.

12 - Application du procédé selon l'une des revendications 1 à 6 ou de l'appareil selon l'une des revendications 7 à 11 dans un procédé 25 d'épuration d'eaux contenant du phénol, de l'orthocrésol et du toluène, dans un procédé de séparation d'un mélange contenant du xylose, de l'arabinose et du fructose ou du glucose, dans un procédé de séparation d'un mélange d'éthylbenzène, de paraxylène, d'orthoxylylène et de métaxylylène et dans un procédé de production d'aromes et d'huiles essentielles.

FIG.1

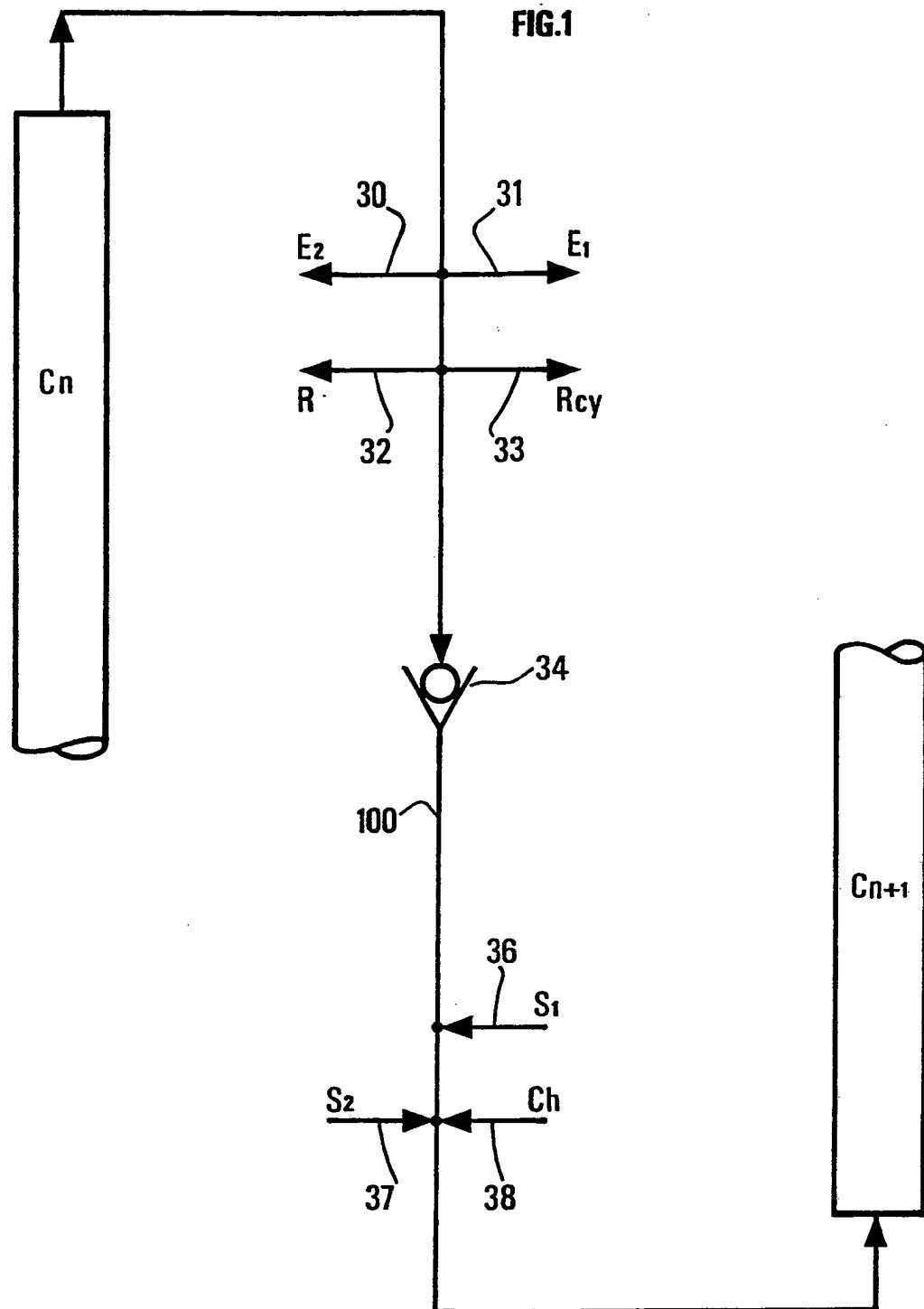


FIG.2

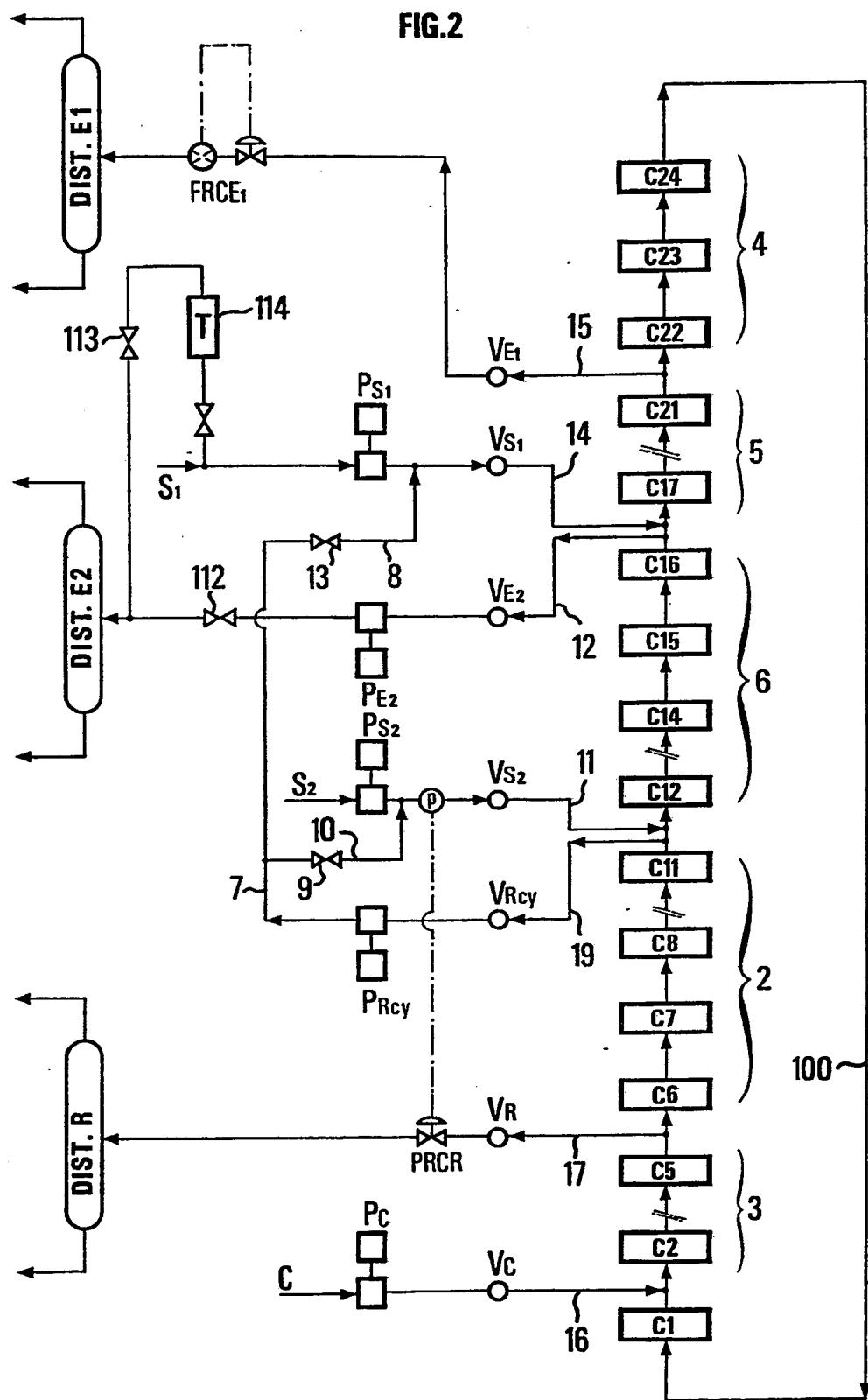


FIG.3

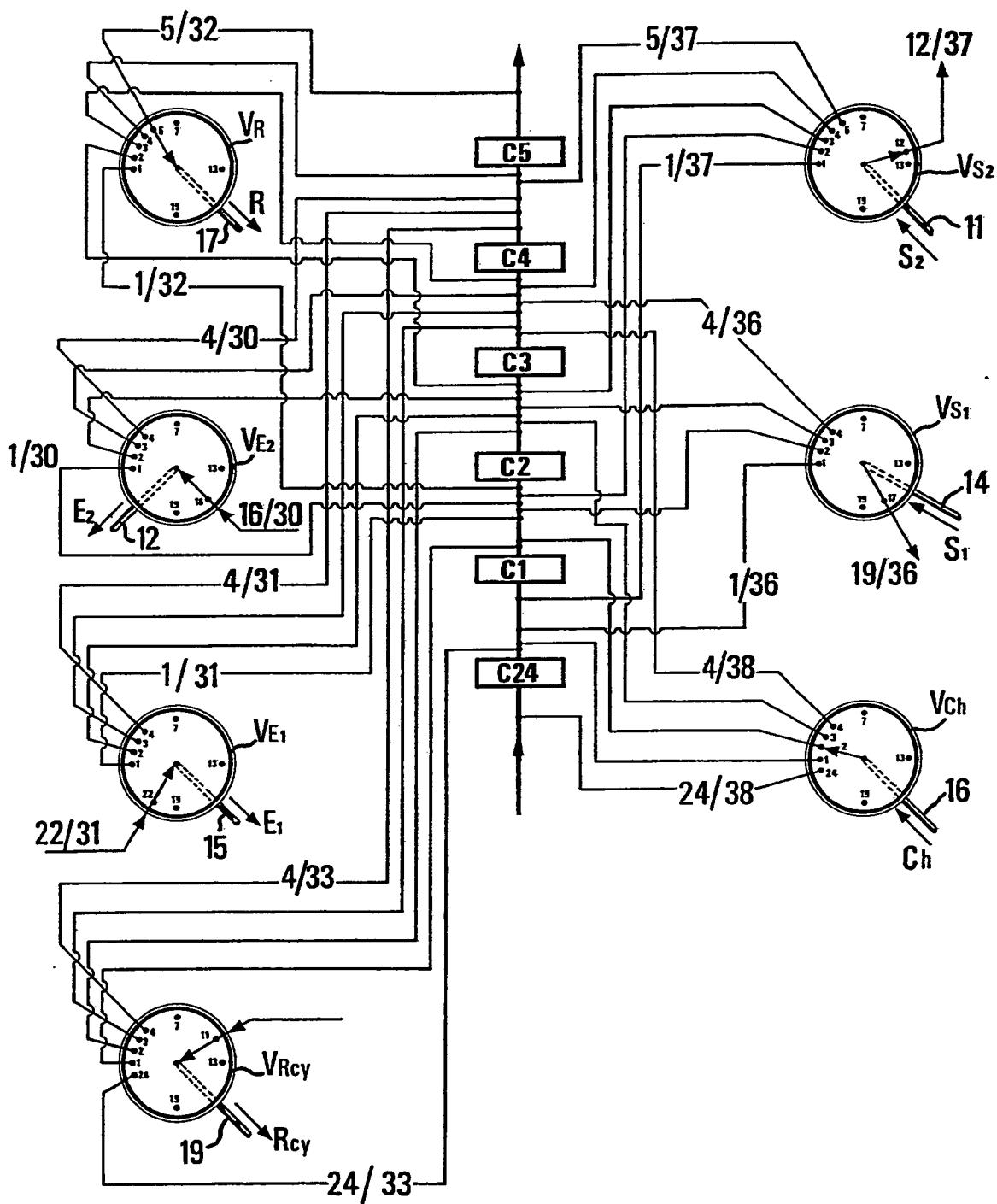


FIG.5

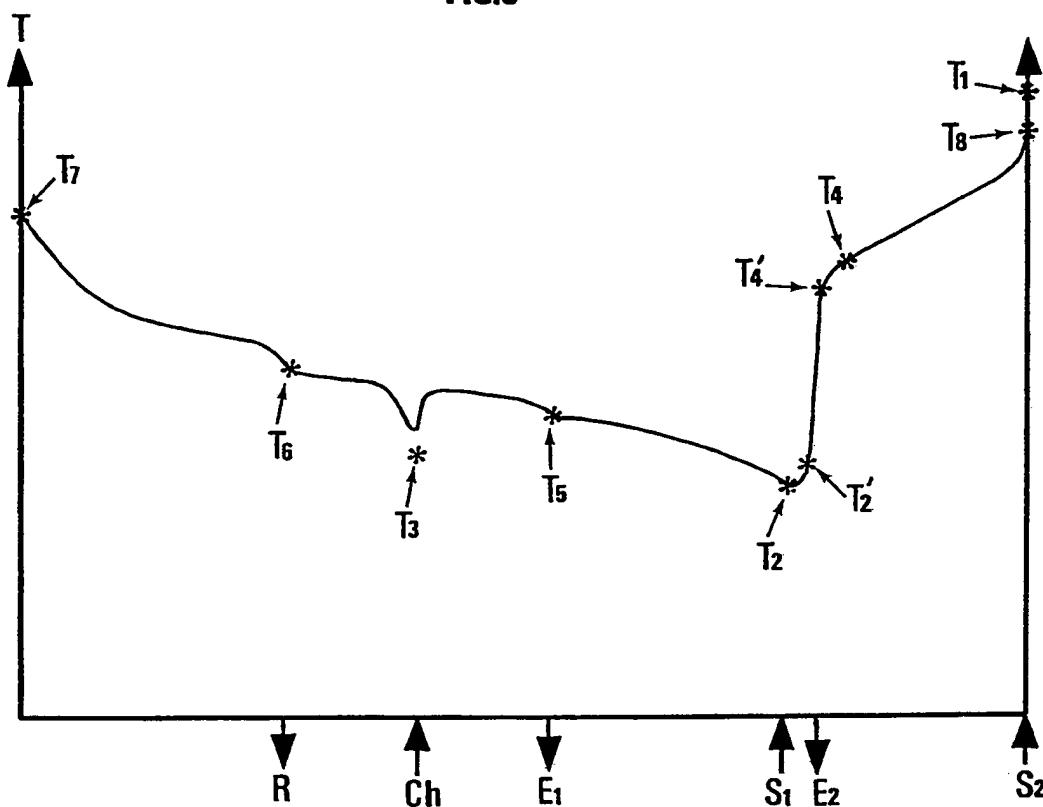
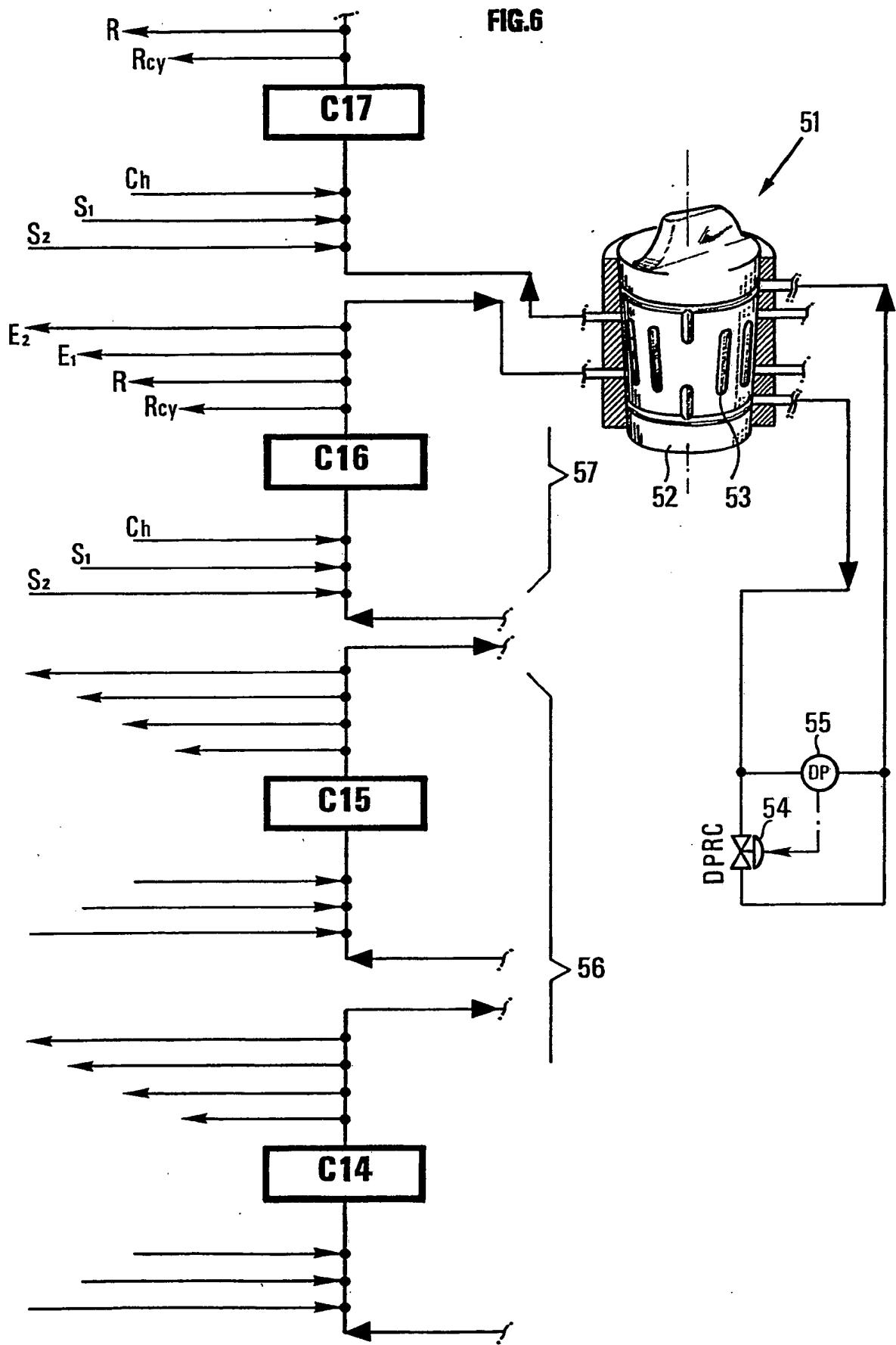


FIG.6



**N° d'enregistrement
national**

**INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE**

RAPPORT DE RECHERCHE

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche

FR 8911365
FA 430099

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	FR-A-2 274 331 (EXXON) * Page 24, ligne 8 - page 43; page 35, ligne 33 - page 36, ligne 1; page 36, ligne 33 - page 37, ligne 3 *	1,2
A	---	4,7,8, 10,12
Y	US-A-4 498 991 (OROSKAR) * Colonne 11, ligne 1 - colonne 12, ligne 26; colonne 18, lignes 3-19 *	1,2
A	EP-A-0 290 684 (U.O.P.) * Page 9, ligne 25 - page 10, ligne 20 *	1,12
A	US-A-3 728 843 (NAGY) * Colonne 2, ligne 4 - colonne 3, ligne 65; colonnes 4-6; claims *	5

		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		B 01 D
Date d'achèvement de la recherche		Examinateur
25-04-1990		WENDLING J.P.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général	D : cité dans la demande	
O : divulgation non écrite	L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant	